

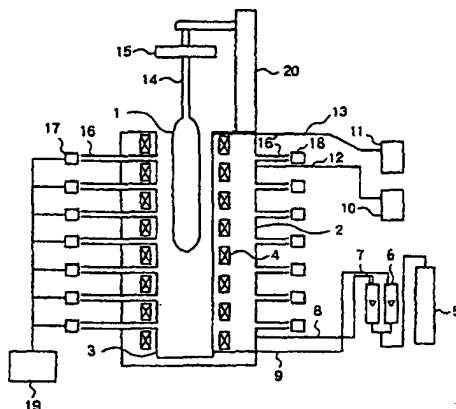
PCT

世界知的所有権機関  
国際事務局

特許協力条約に基づいて公開された国際出願



<b>(51) 国際特許分類6</b> <b>C03B 8/04, 20/00, 37/014</b>	<b>A1</b>	<b>(11) 国際公開番号</b> <b>WO00/12438</b>  <b>(43) 国際公開日</b> 2000年3月9日(09.03.00)
<b>(21) 国際出願番号</b> PCT/JP99/04609  <b>(22) 国際出願日</b> 1999年8月26日(26.08.99)  <b>(30) 優先権データ</b> 特願平10/244809      1998年8月31日(31.08.98)      JP 特願平11/002968      1999年1月8日(08.01.99)      JP  <b>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について)</b> 住友電気工業株式会社 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.)[JP/JP] 〒541-0041 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号 Osaka, (JP) <b>(72) 発明者 ; および</b> <b>(75) 発明者 / 出願人 (米国についてのみ)</b> 石原朋浩(ISHIHARA, Tomohiro)[JP/JP] 齋藤達彦(SAITOH, Tatsuhiko)[JP/JP] 大賀裕一(OHGA, Yuichi)[JP/JP] 〒244-8588 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社 横浜製作所内 Kanagawa, (JP)	<b>(74) 代理人</b> 弁理士 上代哲司, 外(JODAI, Tetsuji et al.) 〒554-0024 大阪府大阪市此花区島屋一丁目1番3号 住友電気工業株式会社内 Osaka, (JP)  <b>(81) 指定国</b> AU, CN, GB, JP, KR, US  添付公開書類 国際調査報告書	

**(54)Title: METHOD OF PRODUCING GLASS ARTICLE AND GLASS BASE MATERIAL FOR OPTICAL FIBER****(54)発明の名称** ガラス物品の製造方法及び光ファイバ用ガラス母材**(57) Abstract**

A high-quality, large glass article and a method of producing it; specifically, a long (1000 mm or longer) glass base material for optical fiber which is small in lengthwise variation and a method of producing it, the method comprising the first heating step of inserting a glass fine grain deposit synthesized by vapor phase synthesizing method into a heating furnace perpendicularly, heating the deposit at temperatures lower than a transparentizing temperature in a vacuum or depressurized atmosphere, removing gas remaining in the glass fine grain deposit and shrinking the deposit by heating, and the second heating step of heating the deposit at a transparentizing temperature to transparentize the glass fine grain deposit, characterized in that the second heating step controls heating for a preset time of not shorter than 70 min so that a glass fine grain deposit surface temperature is 1400 to 1480 °C and is followed by a cooling step for cooling the glass article.

本発明は、高品質な大型ガラス物品及びその製造方法に関するもので、特に、長尺かつ外径の 長手方向変動 の小さい光ファイバ用ガラス母材及びその製法に関し、気相合成法により合成したガラス微粒子堆積体を加熱炉に鉛直方向に挿入し、真空又は減圧雰囲気中で透明化温度より低い温度で加熱して、前記ガラス微粒子体に残留するガスを除去するとともに加熱収縮させる第1の加熱工程と、透明化温度で加熱して前記ガラス微粒子体を透明化させる第2の加熱工程とを有し、前記第2の加熱工程がガラス微粒子堆積体表面の温度が1400～1480℃となるように制御して70分以上の所定の時間加熱し、第2の加熱工程の後にガラス物品を冷却する冷却工程を有することを特徴とする長さが1000mm以上のガラス物品の製造方法及び該方法で得られるガラス物品である。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE	アラブ首長国連邦	DM	ドミニカ	KZ	カザフスタン	RU	ロシア
AL	アルバニア	EE	エストニア	LC	セントルシア	SD	スーダン
AM	アルメニア	ES	スペイン	LI	リヒテンシュタイン	SE	スウェーデン
AT	オーストリア	FI	フィンランド	LK	スリ・ランカ	SG	シンガポール
AU	オーストラリア	FR	フランス	LR	リベリア	SI	スロヴェニア
AZ	アゼルバイジャン	GA	ガボン	LS	レソト	SK	スロヴァキア
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GB	英国	LT	リトアニア	SL	シエラ・レオネ
BB	バルバドス	GD	グレナダ	LU	ルクセンブルグ	SN	セネガル
BE	ベルギー	GE	グルジア	LV	ラトヴィア	SZ	スワジランド
BF	ブルキナ・ファソ	GH	ガーナ	MA	モロッコ	TD	チャード
BG	ブルガリア	GM	ガンビア	MC	モナコ	TG	トーゴ
BJ	ベナン	GN	ギニア	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BR	ブラジル	GW	ギニア・ビサウ	MG	マダガスカル	TZ	タンザニア
BY	ベラルーシ	GR	ギリシャ	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア	TM	トルクメニスタン
CA	カナダ	HR	クロアチア		共和国	TR	トルコ
CF	中央アフリカ	HU	ハンガリー	ML	マリ	TT	トリニダード・トバゴ
CG	コンゴ	ID	インドネシア	MN	モンゴル	UA	ウクライナ
CH	スイス	IE	アイルランド	MR	モーリタニア	UG	ウガンダ
CI	コートジボアール	IL	イスラエル	MW	マラウイ	US	米国
CM	カメルーン	IN	インド	MX	メキシコ	UZ	ウズベキスタン
CN	中国	IS	アイスランド	NE	ニジェール	VN	ヴェトナム
CR	コスタ・リカ	IT	イタリア	NL	オランダ	YU	ユーゴスラビア
CU	キューバ	JP	日本	NO	ノールウェー	ZA	南アフリカ共和国
CY	キプロス	KE	ケニア	NZ	ニュージーランド	ZW	ジンバブエ
CZ	チェコ	KG	キルギスタン				
DE	ドイツ	KP	北朝鮮	PL	ポーランド		
DK	デンマーク	KR	韓国	PT	ポルトガル		
				RO	ルーマニア		

## 明細書

## ガラス物品の製造方法及び光ファイバ用ガラス母材

## 5 技術分野

本発明は高品質な大型のガラス物品及びその製造方法に関する。特に、長尺かつ外径のばらつきの小さい光ファイバ用ガラス母材及びその製法に関する。

## 10 背景技術

フォトマスク用ガラス母材、光ファイバ用ガラス母材等のガラス物品は、気相軸付法（VAD法）あるいは外付法（OVD法）等の気相合成法により合成されたガラス微粒子堆積体を、加熱炉中で真空あるいは減圧雰囲気下で高温加熱処理し、透明化して製造される。高品質のガラス物品を得るためには、ガラス母材中への気泡の残留を極力無くし、かつ、その母材の外径を均一とすることが必要である。そのための方法として、加熱透明化工程を3工程に分け、それぞれの工程の温度を適切に制御する方法が提案されている（特開平6-256035号公報）。この方法は、加熱処理中にガラス微粒子堆積体に残留するガスを除去する第1の加熱工程、前記第1の加熱工程の加熱温度より高く、前記堆積体の透明化温度より低い温度で加熱収縮させる第2の加熱工程、及び前記透明化温度で前記堆積体を透明化させる第3の加熱工程を含むことを特徴としている。また、この方法の第2の加熱工程において、ガラス微粒子堆積体を加熱する発熱体を上下方向に多段に分割しそれぞれ独立に温度を制御できるようにしている。下部の発熱体の温度が上部の発熱体の温度以上になるように設定することにより、ガラス物品の長手方向の外径変動を小さくする効果がある。

近年、大量生産の必要性や製造工程の効率化の観点から、大型のガラス微粒子堆積体を使用して、長さが1000mm以上かつ品質のすぐれた（気泡

の残留がなく、外径の長手方向の変動が小さい) 光ファイバ母材の製造方法の確立が望まれている。

本発明者らは、自重の影響が大きくなる長さ1000mm以上の光ファイバ用ガラス母材では、前記第3の加熱工程のような高温(1490~1600℃)での加熱処理を行うと、外径の長手方向の変動が大きいという問題に気づいた。

また、本発明者らは、透明化温度が1490℃より低い温度の場合は、加熱時間が1時間以下であると、前記堆積体の透明化が難しく、前記堆積体の両端部に焼きのこし(完全に透明化されていない部分)ができるという問題に気づいた。

#### 発明の開示

本発明は、大型のガラス微粒子堆積体から長手方向に外径が安定した大型の高品質のガラス物品を得ることができる製造方法を提供することを目的とする。

第1の発明は、気相合成法により合成したガラス微粒子堆積体を加熱炉に鉛直方向に挿入し、真空又は減圧雰囲気中で透明化温度より低い温度で加熱して、前記ガラス微粒子体に残留するガスを除去するとともに加熱収縮させる第1の加熱工程と、透明化温度で加熱して前記ガラス微粒子体を透明化させる第2の加熱工程とを有し、前記第2の加熱工程がガラス微粒子堆積体表面の温度が1400~1480℃となるように制御して70分以上の所定の時間加熱し、第2の加熱工程の後にガラス物品を冷却する冷却工程を有する長さが1000mm以上のガラス物品の製造方法に関する。

第2の発明は、前記第1の加熱工程が1000~1300℃で10Pa以下の所定の真空度になるまで前記ガスの除去を行う脱気工程を有する第1の発明のガラス物品の製造方法に関する。

第3の発明は、前記第1の加熱工程が1000~1300℃で10Pa以下の所定の真空度になるまでガスの除去を行う脱気工程と、10Pa以下の

所定の真空度において1300～1400℃で加熱する加熱収縮処理工程とからなる第1の発明のガラス物品の製造方法に関する。

第4の発明は、前記加熱炉は、長手方向の複数部分に対応してそれぞれ独立に制御されたヒータを備え、前記ガラス微粒子堆積体の温度を長手方向の  
5 複数部分に分けて制御する第1の発明のガラス物品の製造方法に関する。

第5の発明は、前記各加熱工程において、前記ヒータと前記ガラス微粒子堆積体とを隔離する炉心管の温度を測定し、その温度に基づいて各加熱工程の温度を制御する第1の発明のガラス物品の製造方法に関する。

第6の発明は、前記ガラス微粒子堆積体は透明ガラスロッドとその周囲に  
10 形成された多孔質ガラス部分からなる複合母材である第1の発明のガラス物品の製造方法に関する。

第7の発明は、前記第2の加熱工程において、前記ガラス微粒子堆積体表面の温度を上方から下方へ向かって連続的又は段階的に高くする第1の発明のガラス物品の製造方法に関する。

第8の発明は、透明ガラスロッドとその周囲に形成された多孔質ガラス部分からなり、所定の外径を有する複合母材であるガラス微粒子堆積体を透明化温度で加熱して、前記多孔質ガラス部分を透明化させて、透明化後のガラス母材の外径の長手方向の変動が該外径の長手方向の中央値に対して±2%以内となるように形成され、長さが1000mm以上である光ファイバ用ガラス母材に関する。  
20

本発明の方法によれば、大型のガラス微粒子堆積体から、長さが1000mm以上であり、外径の長手方向の変動が外径の長手方向の中央値に対して±2%以内という光ファイバ母材を容易に製造することができる。

## 25 図面の簡単な説明

図1は、実施例で使用した真空焼結炉の装置構成を示す概略説明図である。

図2は、実施例1及び比較例1で得られた光ファイバ母材の長手方向における外径変化を示す図である。

図 3 は、実施例 3 における温度制御の状態を示す模式図。

#### 発明の実施するための最良の形態

- VAD 法あるいは OVD 法などの気相合成法で得られたガラス微粒子堆積体は、第 1 の加熱工程において、真空又は減圧雰囲気中で、該堆積体に残留するガスの除去と該堆積体の加熱収縮処理を施される。この工程においては、1000～1300℃の温度で10Pa以下の所定の真空度になるまでガスの除去を行い、その後に10Pa以下の所定の真空度で1300～1400℃の温度で加熱収縮処理を行うことが好ましい。
- 前記第 1 の加熱工程後のガラス微粒子堆積体は、第 2 の加熱工程において、1400～1480℃の温度範囲で70分以上加熱し、透明化される。加熱温度は、1400～1480℃と従来の透明化温度よりも低く設定することにより、自重による前記堆積体の引き延びが低減される。この場合、加熱温度が下がりやすい該堆積体の両端部においては、完全に透明化されない部分が発生することがあるが、加熱時間を70分以上の所定の時間に設定することにより該堆積体の両端部を完全に透明化することができる。このように透明化温度を低くすることにより、長さが1000mmの大型の光ファイバ用ガラス母材では、母材外径の長手方向の変動が外径の長手方向の中央値に対し±2%以内にすることができる。
- 本発明に使用される加熱炉は、ガラス微粒子堆積体の温度を長手方向の複数部分に分けて制御するため、長手方向の複数部分に対応してそれぞれ独立に制御できる複数のヒータを備えることが好ましい。このようにすることによって、長尺のガラス微粒子堆積体を加熱する場合でも引き延びやすい部分と引き延びにくい部分の温度を適切に制御することができる。
- ガラス微粒子堆積体を鉛直方向に挿入するたて型の加熱炉を使用する場合、高温での加熱処理の際に自重による引き延びが発生して外径が上部では細く、下部では太くなる傾向がある。そのような場合には、第 2 の加熱工程においてガラス微粒子堆積体表面の温度が上端から下方へ向かって連続的

又は段階的に高くなるように制御するのが好ましい。

ガラス微粒子堆積体の透明化では、該堆積体を加熱炉のヒータから隔離するため、該堆積体はヒータとの間にカーボン材等からなる炉心管を介して挿入される。

- 5 前記第 1 及び第 2 の加熱工程における温度制御は、放射温度計等の温度センサを使用してガラス微粒子堆積体表面の温度を測定し、その測定値に基づいてヒータの出力を制御することによって行うようにする。該堆積体表面の温度は炉心管の温度に近い温度となっていることが多く、その場合、より測定が容易な炉心管の温度を測定し、その測定値に基づいてヒータの出力を制
- 10 御するようにしてもよい。

#### 実施例

以下、実施例により本発明をさらに具体的に説明する。

##### (実施例 1 a)

- 15 VAD 法で合成した純シリカからなるガラス微粒子堆積体を図 1 に示す真空焼結炉を使用して本発明の方法に従い透明ガラス化した。図 1 の真空焼結炉において 1 はガラス微粒子堆積体、2 は真空焼結炉本体、3 は炉心管、4 はヒータ、5 は不活性ガス供給装置、6 及び 7 はそれぞれ炉心管 3 及び炉
- 20 本体 2 内へ供給する不活性ガスの流量計、8 及び 9 はそれぞれ炉心管 3 及び炉本体 2 への不活性ガスの供給用配管、10 及び 11 は炉内減圧用吸入ポンプ、12 及び 13 はそれぞれ炉本体 2 及び炉心管 3 から排気するための配管、14 は母材 1 を支えるシード棒、15 は上蓋、16 は母材 1 の表面温度計測用の炉心管 3 まで貫通しているのぞき穴、16' は炉心管 3 の温度計測用の
- 25 のぞき穴、17 は母材 1 の表面温度を計測する温度計、18 は炉心管 3 の温度を計測する温度計、19 は温度制御装置、20 はトラバース機である。なお、図では炉本体 2 及び炉心管 3 の両方にそれぞれ別々にガス供給、排気手段を設けているが、これらはどちらか一方のみとすることもできる。また、図には記載を省略したが配管 8、9、12、13 にはバルブが設けられており、

これらのバルブの切替えで真空(減圧)排気又はガスの吹流しを行う。さらに、これも図示省略したが、温度計 18 は温度制御装置 19 にも接続されている。

ガラス微粒子堆積体 1 は、VAD 法で形成され、外径 200 mm、重量 30 kg、有効部長さ 1500 mm のものを使用した。真空焼結炉の温度を 400℃ に保って該堆積体 1 を炉心管 3 に挿入し、上蓋 15 で炉内を密封し、炉内圧力を 10 Pa まで下げた。この状態で該堆積体 1 の全域における表面温度を 10℃/分の昇温速度で 1300℃ まで上昇させて 60 分間保持し、該堆積体 1 に残留したガスを十分に脱気した(脱気工程)。

次に該堆積体 1 の表面温度を 5℃/分で上昇させ、1350℃ で 50 分間保持した(加熱収縮処理工程)。

次に該堆積体 1 の表面温度を 5℃/分で上昇させ、該堆積体 1 の全域における表面温度を 1420℃ とした後、100 分間保持して透明化した(透明化工程)。

この後、ヒータでの加熱を停止して降温を続け、ガラス物品を冷却し(冷却工程)、600℃ で製品を取り出した。

得られたガラス物品の寸法を測定した結果、有効部長さ 1400 mm 全長にわたって外径は  $90 \pm 0.5$  mm (外径変化率  $\pm 0.56\%$ ) であり、外径の長手方向の変動が小さく、良好な品質を有していた。

(実施例 1 b)

また、実施例 1 a のガラス微粒子堆積体 1 に代えて、中心部に Ge がドーブされ屈折率を高くし、外周部に純 SiO<sub>2</sub> 層を有する透明ガラスロッドの周囲に、VAD 法により SiO<sub>2</sub> の多孔質ガラス層を形成した実施例 1 a と同寸法の複合母材を用いて、実施例 1 a と同様に透明化した。同様に良好な品質が得られた。

(実施例 1 c)

また、ガラス微粒子堆積体 1 として、外径 300 mm、有効部長さ 1500 mm、重量 60 kg のものを使用し、実施例 1 a と同様に脱気工程、加熱処理工程を行った後、該堆積体 1 の表面温度を 5℃/分で上昇させ、該堆積体



1の全域における表面温度を1420℃とした後、180分間保持して透明化した。

得られたガラス物品の寸法を測定した結果、有効部長さ1400mm全長にわたって外径は $150 \pm 1.2$  mm（外径変化率 $\pm 0.6\%$ ）と良好な品質  
5   が得られた。

（比較例1a）

実施例1aと同サイズのガラス微粒子堆積体1を、同じ設備により以下の条件で透明ガラス化した。すなわち、真空焼結炉の温度を400℃に保って該堆積体1を炉心管3に挿入し、上蓋15で炉内を密封し、炉内圧力を10  
10  Paまで下げた。この状態で該堆積体1の全域における表面温度を10℃/分の昇温速度で1300℃まで上昇させて60分間保持し、該堆積体1に残留したガスを十分に脱気した（脱気工程）。

次に、該堆積体1の表面温度を5℃/分で上昇させ1350℃とし、同温度で50分間保持した（加熱収縮処理工程）。

15  次に、該堆積体1の表面温度を5℃/分で上昇させ、該堆積体1の全域における表面温度を1500℃とした後、60分間保持して透明化した（透明化工程）。この後、ヒータでの加熱を停止して降温を続け、600℃で製品を取り出した。得られたガラス物品の寸法を測定した結果、有効部長さ1400mm全長にわたって外径は $90 \pm 4.5$  mm（外径変化率 $\pm 5\%$ ）であり、  
20  外径の長手方向の変動が大きかった。

（比較例1b）

実施例1cと同サイズのガラス微粒子堆積体1を使用し、比較例1aと同じ条件で透明化した。得られたガラス物品の寸法を測定した結果、有効部長さ1550mm全長にわたって外径は $150 \pm 5.0$  mm（外径変化率 $\pm 3.3\%$ ）であり、  
25  外径の長手方向の変動が大きかった。

実施例1a及び比較例1aの結果は、表1のとおりである。また、これらの例における長手方向に対する外径変動の傾向を図2に示す。第2の加熱工程（透明化工程）において、従来技術よりも低い1400～1480℃の範

囲（好ましくは1400～1440℃の範囲）で70分以上（好ましくは100分以上、さらに好ましくは150分以上）保持して引き延びを防止することが、外径の安定化に重要であることがわかる。

実施例において、炉内の真空度を10Paとしているが、ガラス物品中の  
5 気泡の残留を防ぐため、この値は低い方が好ましく、9Pa、8Paであっても良い。

本発明の方法は、ガラス物品の自重が大きい場合、特に、自重が50kg以上のものほど外径変動の低減に有効である。

10

表1 処理条件及び得られたガラス物品の外径変動

		実施例1a		比較例1a	
		温度 (℃)	時間 (分)	温度 (℃)	時間 (分)
第1の 加熱 工程	脱気工程	1300	60	1300	60
	加熱収縮処理工程	1350	50	1350	50
第2の加熱工程		1420	100	1500	60
外径変動 (mm)		±0.5		±4.5	

（実施例2a）

実施例1aと同サイズのガラス微粒子堆積体1を、実施例1aと同じ設備、  
15 同じ温度条件で透明化した。ただし、本実施例においては透明化処理中の温度の制御を炉心管3の外表面温度を測定する温度計18を用いて、炉心管3の温度を制御することによって行った。得られたガラス物品の寸法を測定した結果、有効部長さ1400mm全長にわたって外径は $90 \pm 0.7$ mm（外径変化率±0.78%）であり、外径の長手方向の変動が小さく、良好な品質を有していた。この結果から、該堆積体1の表面の温度を測定する代わりに、比較的測定の容易な炉心管の温度を測定しても問題のないことがわかる。  
20

（実施例2b）

実施例1cと同サイズのガラス微粒子堆積体1を使用し、実施例1cと同じ

条件で透明化した。得られたガラス物品の寸法を測定した結果、有効部長さ 1 4 1 0 mm 全長にわたって外径は  $1 5 0 \pm 1 . 5$  mm (外径変化率  $\pm 1 . 0 \%$ ) と良好な品質が得られた。

(実施例 3 a)

- 5 実施例 1 a と同サイズのガラス微粒子堆積体 1 を、図 1 の真空焼結炉と同形式で、ヒータ 4 を図 3 に示すように上段ヒータ 4 - 1、中段ヒータ 4 - 2 及び下段ヒータ 4 - 3 の 3 段に分割して制御した真空焼結炉を使用して、実施例 1 a と同様に透明化した。

- 10 該堆積体 1 は外径 2 0 0 mm、有効部長さ 1 5 6 0 mm のものを使用した。真空焼結炉の温度を 4 0 0 °C に保って該堆積体 1 を炉心管 3 に挿入し、上蓋 1 5 で炉内を密封し、炉内圧力を 1 0 P a まで下げた。この状態で該堆積体 1 の全域における表面温度を 1 0 °C / 分の昇温速度で 1 3 0 0 °C まで上昇させて 6 0 分間保持し、該堆積体 1 に残留したガスを十分に脱気した (脱気工程)。

- 15 次に該堆積体 1 の表面温度を 1 0 °C / 分で上昇させ、1 3 5 0 °C にして 5 0 分間保持した (加熱収縮処理工程)。

- 次に上段ヒータ 4 - 1 の影響を強く受ける該堆積体 1 の範囲 A の中心点における表面温度を 5 °C / 分で上昇させて 1 4 0 0 °C に、中段ヒータ 4 - 2 の影響を強く受ける範囲 B の中心点における表面温度を 7 °C / 分で上昇させて 1 4 2 0 °C に、下段ヒータ 4 - 3 の影響を強く受ける範囲 C の中心点における表面温度を 9 °C / 分で上昇させて 1 4 4 0 °C にした後、1 0 0 分間保持して該堆積体 1 を透明化させた (透明化工程)。このときの温度分布はほぼ図 3 に示すとおりである。

- 25 この後、ヒータでの加熱を停止して降温を続け、ガラス物品を冷却し (冷却工程)、6 0 0 °C で製品を取り出した。

得られたガラス物品の外径を測定した結果、有効部長さ 1 4 0 5 mm 全長にわたって外径は  $9 0 \pm 0 . 1$  mm (外径変化率  $\pm 0 . 1 1 \%$ ) であり、外径の長手方向の変動が小さく、良好な品質を有していた。

## (実施例 3 b)

実施例 3 a において、該堆積体 1 の表面温度の制御を、各ヒーター位置に対応する炉心管 3 の表面温度を測定し制御することによっても、実施例 3 a と同様の良好な品質が得られた（有効部長さ 1 4 1 7 mm 全長にわたって外径は  $90 \pm 0.3$  mm（外径変化率  $\pm 0.33\%$ ））。

## (実施例 3 c)

実施例 3 a のガラス微粒子堆積体 1 に代えて、中心部に Ge がドーピングされ、外周部に純 SiO<sub>2</sub> 層を有する透明ガラスロッドの周囲に VAD 法により純 SiO<sub>2</sub> 多孔質ガラス層を形成した実施例 3 a と同寸法の複合母材を用いて、実施例 3 a と同様に透明化したが、同様に良好な品質が得られた。

## (実施例 3 d)

実施例 3 a において、1 3 5 0 °C での加熱収縮処理を行っているが、なくとも同様に良好な品質が得られた。

## (実施例 3 e)

15 実施例 3 a において、実施例 3 a のガラス微粒子堆積体 1 に代えて、実施例 1 c と同サイズのガラス微粒子堆積体 1 を使用し、透明化工程で保持時間を 1 8 0 分間とした場合は、有効部長さ 1 3 9 0 mm 全長にわたって外径は  $150 \pm 0.7$  mm（外径変化率  $\pm 0.46\%$ ）同様に良好な品質が得られた。

## (実施例 3 f)

20 実施例 3 e において、該堆積体 1 の表面温度の制御を、各ヒーター位置に対応する炉心管 3 の表面温度を測定し制御することによっても、実施例 3 a と同様の良好な品質が得られた（有効部長さ 1 4 0 0 mm 全長にわたって外径は  $150 \pm 1.0$  mm（外径変化率  $\pm 0.66\%$ ））。

## (実施例 3 g)

25 外径が 3 6 5 mm、有効部長さ 1 5 6 0 mm、重量 8 0 kg のガラス微粒子堆積体 1 を、実施例 3 e と同じ設備、同じ条件で透明化した。得られたガラス物品の寸法を測定した結果、有効部長さ 1 4 7 0 mm 全長にわたり外径は  $163 \pm 1.5$  mm（外径変化率  $\pm 0.92\%$ ）であった。

## (比較例 2)

実施例 3 g と同サイズのガラス微粒子堆積体 1 を、実施例 3 e と同じ設備により以下の条件で透明ガラス化した。すなわち、真空焼結炉の温度を 400℃ に保って該堆積体 1 を炉心管 3 に挿入し、上蓋 15 で炉内を密封し、炉内圧力を 10 Pa まで下げた。この状態で該堆積体 1 の全域における表面温度を 10℃/分の昇温速度で 1300℃ まで上昇させて 60 分間保持し、該堆積体 1 に残留したガスを十分に脱気した (脱気工程)。

次に、該堆積体 1 の表面温度を 5℃/分で上昇させ 1350℃ とし、同温度で 50 分間保持した (加熱収縮処理工程)。

- 10 次に該堆積体 1 の表面温度を 15℃/分で上昇させ、該堆積体 1 の全域における表面温度を 1500℃ とした後、60 分間保持して透明化した (透明化工程)。この後、ヒータでの加熱を停止して降温を続け、600℃ で製品を取り出した。得られたガラス物品の寸法を測定した結果、有効部長さ 1660 mm 全長にわたって外径は  $158 \pm 7$  mm (外径変化率  $\pm 4.43\%$ )
- 15 であり、外径の長手方向の変動が大きかった。

## 請求の範囲

1. 気相合成法により合成したガラス微粒子堆積体を加熱炉に鉛直方向に挿入し、真空又は減圧雰囲気中で透明化温度より低い温度で加熱して、前  
5 記ガラス微粒子体に残留するガスを除去するとともに加熱収縮させる第1の加熱工程と、透明化温度で加熱して前記ガラス微粒子体を透明化させる第2の加熱工程とを有し、前記第2の加熱工程がガラス微粒子堆積体表面の温度が1400～1480℃となるように制御して70分以上の所定の時間加熱し、第2の加熱工程の後にガラス物品を冷却する冷却工程を有することを特徴とする長さが1000mm以上のガラス物品の製造方法。
- 10 2. 前記第1の加熱工程が1000～1300℃で10Pa以下の所定の真空度になるまで前記ガスの除去を行う脱気工程を有することを特徴とする請求の範囲第1項に記載のガラス物品の製造方法。
3. 前記第1の加熱工程が1000～1300℃で10Pa以下の所定の  
15 真空度になるまでガスの除去を行う脱気工程と、10Pa以下の所定の真空度において1300～1400℃で加熱する加熱収縮処理工程とからなることを特徴とする請求の範囲第1項に記載のガラス物品の製造方法。
4. 前記加熱炉は、長手方向の複数部分に対応してそれぞれ独立に制御されたヒータを備え、前記ガラス微粒子堆積体の温度を長手方向の複数部分に分けて制御することを特徴とする請求の範囲第1項に記載のガラス物品の  
20 製造方法。
5. 前記ヒータと前記ガラス微粒子堆積体とを隔離する炉心管の温度を測定し、その温度に基づいて各加熱工程の温度を制御することを特徴とする請求の範囲第1項に記載のガラス物品の製造方法。
- 25 6. 前記ガラス微粒子堆積体は透明ガラスロッドとその周囲に形成された多孔質ガラス部分からなる複合母材であることを特徴とする請求の範囲第1項に記載のガラス物品の製造方法。
7. 前記第2の加熱工程において、前記ガラス微粒子堆積体表面の温度を

上方から下方へ向かって連続的又は段階的に高くすることを特徴とする請求の範囲第1項に記載のガラス物品の製造方法。

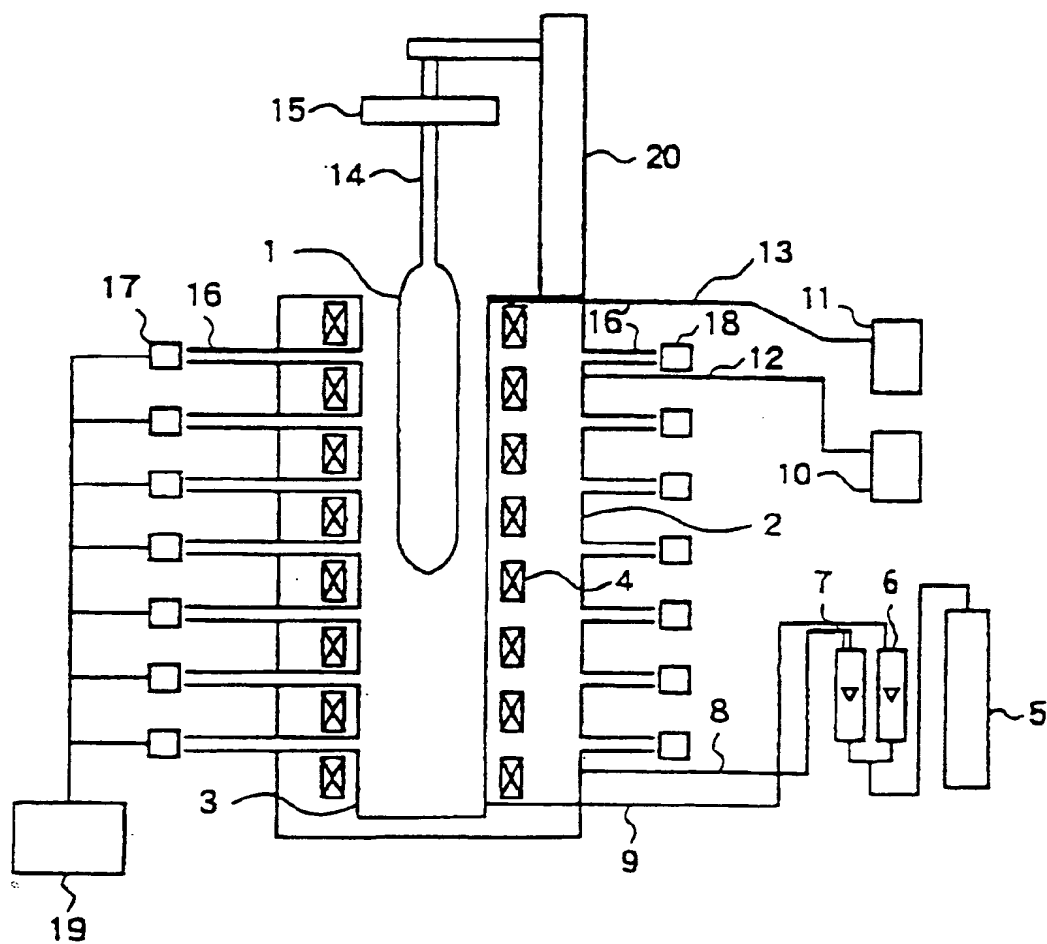
8. 透明ガラスロッドとその周囲に形成された多孔質ガラス部分からなり、所定の外径を有する複合母材であるガラス微粒子堆積体を透明化温度で加熱して、前記多孔質ガラス部分を透明化させて、透明化後のガラス母材の外径の長手方向の変動が該外径の長手方向の中央値に対して $\pm 2\%$ 以内となるように形成され、長さが1000mm以上であることを特徴とする光ファイバ用ガラス母材。





1/3

☒ 1





2 / 3

図 2

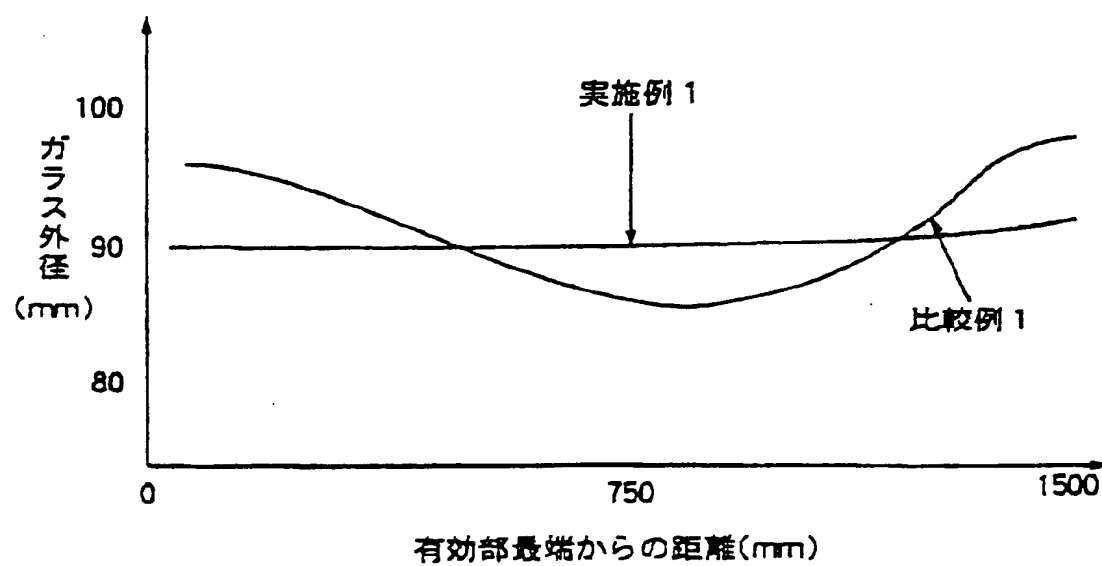
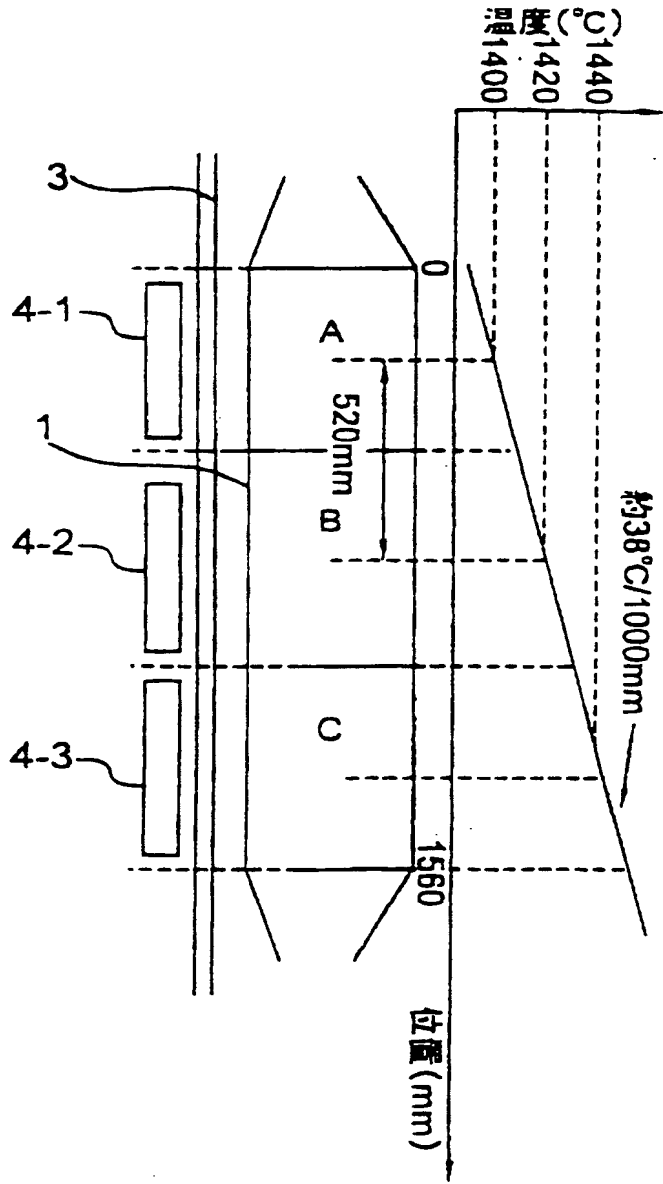




図 3





## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/04609

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> Int.Cl <sup>6</sup> C03B8/04, C03B20/00, C03B37/014		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl <sup>6</sup> C03B8/04, C03B19/14, C03B20/00, C03B37/014		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-1999 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-1999 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-1999		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) CA (STN), REGISTRY (STN), WPI (STN)		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP, 07-081962, A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 28 March, 1995 (28.03.95), Claims (Family: none)	1-8
A	JP, 06-256035, A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 13 September, 1994 (13.09.94), Claims & US, 5693115, A	1-8
A	JP, 05-024854, A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 02 February, 1993 (02.02.93), Claims & US, 5330548, A	1-8
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family
Date of the actual completion of the international search 06 December, 1999 (06.12.99)		Date of mailing of the international search report 14 December, 1999 (14.12.99)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office		Authorized officer
Facsimile No.		Telephone No.

100

100



## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. <sup>6</sup> C03B8/04, C03B20/00, C03B37/014

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. <sup>6</sup> C03B8/04, C03B19/14, C03B20/00, C03B37/014

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年  
 日本国公開実用新案公報 1971-1999年  
 日本国登録実用新案公報 1994-1999年  
 日本国実用新案登録公報 1996-1999年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CA (STN), REGISTRY (STN), WPI (STN)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP, 07-081962, A, (住友電気工業株式会社) 28. 3月. 1995 (28. 03. 95) 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-8
A	JP, 06-256035, A, (住友電気工業株式会社) 13. 9月. 1994 (13. 09. 94) 特許請求の範囲 & US, 5693115, A	1-8
A	JP, 05-024854, A, (住友電気工業株式会社) 2. 2月. 1993 (02. 02. 93) 特許請求の範囲 & US, 5330548, A	1-8

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

## の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

06. 12. 99

国際調査報告の発送日

14. 12. 99

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)  
 郵便番号 100-8915  
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

深草 祐一



4 T 9728

電話番号 03-3581-1101 内線 3463

100

100